

PAT-NO: JP361132589A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 61132589 A

TITLE: **CRUCIBLE FOR VAPOR DEPOSITION**

PUBN-DATE: June 20, 1986

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

MORIOKA, MAKOTO

MISHIMA, TOMOYOSHI

SAWADA, YASUSHI

SHIRAKI, YASUHIRO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY

AGENCY OF IND SCIENCE & TECHNOL N/A

APPL-NO: JP59251517

APPL-DATE: November 30, 1984

INT-CL (IPC): C30B023/08, **C23C014/24**

ABSTRACT:

PURPOSE: To obtain a high-quality compound semiconductor crystal film having few surface defects, by using a cylindrical evaporation **crucible** furnished with protrusions to the inner wall near the open end in plural stages, and placing a specific **shielding plate** in a manner to **shield** the molten evaporation source from the substrate.

CONSTITUTION: A cylindrical evaporation **crucible** made of PBN is used in a molecular beam crystal growth apparatus for the production of a compound

semiconductor, etc. Plural protrusions 3 are attached to the inner wall of the cylindrical crucible 1 in plural stages (e.g. 3 stages) with regular intervals, starting from the part apart from the open end of the crucible by a specific distance. Each stage contains plural (e.g. 4) protrusions 3 arranged on a circle with intervals of e.g. 90&deg;, and the phase is staggered by 45&deg; from that of the adjacent stage. Plural shielding plates 2 are inserted into the crucible at the parts of the above stages in a manner to shield the substrate from the evaporation source. Each shielding plate has smaller diameter than the inner diameter of the crucible 1 to facilitate the insertion into and removal from the crucible 1, and is furnished with notches 5 corresponding to the protrusions 3 of the crucible 1. The crucible 1, etc., are used as the crucible of the Ga source for the growth of a GaAs crystal to obtain a crystal film having few surface defects.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

## ⑪ 公開特許公報 (A) 昭61-132589

⑤Int.Cl.  
C 30 B 23/08  
C 23 C 14/24

識別記号  
8518-4G  
7537-4K

⑥公開 昭和61年(1986)6月20日  
審査請求 有 発明の数 1 (全4頁)

⑦発明の名称 蒸着用ルツボ

⑧特 願 昭59-251517  
⑨出 願 昭59(1984)11月30日

⑩発明者 森 岡 誠 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑪発明者 三島 友 義 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑫発明者 沢田 安史 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑬発明者 白木 靖 寛 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内

⑭出願人 工業技術院長

## 明細書

発明の名称 蒸着用ルツボ

## 特許請求の範囲

1. 上部噴出口近傍の内壁に凸状突起を設けた円筒形ルツボと、該円筒内径とほぼ等しい径を有し、その内部にガス噴出用の孔が加工されており、その外周上に、上記円筒形ルツボ内壁突起と適合する切込みを入れた遮蔽板の複数個とを有する蒸着用ルツボ。

2. 前記遮蔽板において、近接した上下の遮蔽板のガス噴出用小孔の位置を相互にずらしたことと特徴とする特許請求の範囲1項記載の蒸着用ルツボ。

3. ソース物質を入れる部分のルツボの内径を、前記遮蔽板の直径より小さくしたことを特徴とする特許請求の範囲第1項又は第2項記載の蒸着用ルツボ。

## 発明の詳細な説明

## 【発明の利用分野】

本発明は、分子線結晶成長 (Molecular Beam

Epitaxy 以下、MBE と言う) 装置に係り、特に、良好な質の成長結晶を得るに好適な構造を有する蒸着用ルツボ (分子線セル) に関する。

## 【発明の背景】

MBEにおいて、分子線セルの材質 (純度) と構造は、成長室の真空の質と共に、成長結晶の質を左右する。

真空蒸着において、表面欠陥 (例えばオーバルデフェクト等) のない膜成長のための条件は、成長基板面から溶解している原料が直接見えない構造の蒸着ポートを使うことにあり、MBEにおいても例外ではない。MBEの蒸発源であるクヌードセンセル (Kセルと呼称されている) は錐形 (トランペット形)、又は円筒形で、その出射端は完全に開放された形のソースを入れるPBN (Pyrolytic Boron Nitride) ルツボと該ルツボを加熱するための主にTa (タンタル) から成る炉で構成されている。この様に現在MBEに用いられているKセルの構造では、基板から溶融した原料が直接見え良好な膜を作る条件は全く満され

ていない。

なお、これまでのクスードセンセルの代表的な例は、The Review of Scientific Instruments Vol. 35, No 7 p. 913, C. A. Escoffery, "Improved Knudsen-Cell Vapor Source for Vacuum Depositions" にある。

#### 〔発明の目的〕

本発明の目的は、従来のKセルの欠点を克服し基板面から溶融したソースが見えない構造のルツボと該ルツボの作製法、及び該ルツボを用いたKセルを提供することにある。

#### 〔発明の概要〕

化合物半導体等のMBEにおいて、分子線を発生させるKセルに用いるルツボの材質は、低温から高温まで、分子線原料金属との反応を生ぜず、且つ、ガス吸着、発生の少ないPBNが用いられている。このPBNルツボはカーボン等で作った型の表面に化学気相成長 (Chemical Vapor Deposition 以下、CVDと言ふ。) 法でBN

出口4を設けた遮蔽板である。PBN製の円筒形ルツボには、ルツボの開口端から任意の距離のところから始まって等間隔に、円筒内面に突部を設けた。第1図に示す本実施例では、円筒形の深さ方向に突部を3段設け、円周上には90°の角度で4ヶ所作った。この円周上の突起の上下方向の位置関係は、一番下の突起の位置に対して、下から2番の突起の位置は1段目の突起の配置より45度ずらして4ヶ形成してあり、第3段目は、第2段目の突起に対して45°ずらして形成してある(即ち第一段目の突起と同じ位置)。なおこの突起の数は、4ヶに限らず3ヶあるいは、4ヶ以上でもかまわない。(但し2ヶではそれなりの効果は奏するが、不安定になり易かつた。) 従って2ヶ以上がより好ましい。又第1段目の突起と第2段目以降の突起の位置関係も45°に限らないことは言うまでもない。

第2図は、第1図に示す本実施例のルツボで採用した遮蔽板2の形状を示す平面図である。該遮蔽板の直径は、第1図のルツボ1の内径より、ガ

(Boron Nitride) を所定の厚さ堆積した後、該カーボン型取り去ることによって作られる。この様にCVD法によって作製されるため単純な形状のものの組合せにより複雑な構造ものを作る必要がある。本発明の目的とするルツボでは、ソースと基板を仕切る板は最低2枚以上必要であり、安定で且つソースの詰め替えが簡単に出来る構造となっていることが肝要である。

本発明の蒸着用ルツボは次の如き構造を有する。即ち、上部噴出口近傍の内壁に凸状突起を設けた円筒形ルツボと、該円筒内径とほぼ等しい径を有し、その内部にガス噴出用の孔が加工されており、その外周上に、上記円筒形ルツボ内壁突起と嵌合する切込みを入れた遮蔽板の複数個とを有するものである。

#### 〔発明の実施例〕

##### 実施例1

第1図(a), (b)は各々に本発明のルツボの形状を示す平面図と側断面図である。図中1は円筒形のPBN製ルツボであり、2は、数個の分子線噴

出口4を設けた遮蔽板である。PBN製の円筒形ルツボには、ルツボの開口端から任意の距離のところから始まって等間隔に、円筒内面に突部を設けた。第1図に示す本実施例では、円筒形の深さ方向に突部を3段設け、円周上には90°の角度で4ヶ所作った。この円周上の突起の上下方向の位置関係は、一番下の突起の位置に対して、下から2番の突起の位置は1段目の突起の配置より45度ずらして4ヶ形成してあり、第3段目は、第2段目の突起に対して45°ずらして形成してある(即ち第一段目の突起と同じ位置)。なおこの突起の数は、4ヶに限らず3ヶあるいは、4ヶ以上でもかまわない。(但し2ヶではそれなりの効果は奏するが、不安定になり易かつた。) 従って2ヶ以上がより好ましい。又第1段目の突起と第2段目以降の突起の位置関係も45°に限らないことは言うまでもない。

先に述べた突起付き円筒形ルツボへの該遮蔽板の取付けは、該遮蔽板の切欠き部分を介して円筒内に落してゆき、第1番目の突起の部分では、例えば45°回転することにより該遮蔽板のそれより下への落下を防止することが出来る。第2段目以降に取付る遮蔽板についても同様のことを行なってゆけば第1図に示す構造のルツボを組立ることが出来る。なお、円筒1に形成した突起3は、第1段目と本実施例では第2段目が45°ずらしてあるため、第2図に示す遮蔽板2は、3枚共同一形状のものを採用することが出来る。なお、本実施例のルツボをGaAs結晶成長のGaソースの

ルツボとして用いた結果その表面欠陥密度を  
500ヶ/cm<sup>2</sup>とすることが出来た。

## 実施例2

第3図は、第1段目突起の代りに、第1段目より下部のルツボの径6を、遮蔽板2の直径より小さくしたルツボの側断面形状を示したもので、第1段目の遮蔽板のルツボ底部への落下を防止することが出来る。特に絞込んだ部分の径を、突起間の距離3より小さくすれば、遮蔽板の径を小さくでき、且つ切欠き部分も大きくすることが出来、その取扱いは更に容易となる。又ルツボ側面を介しての突沸についても防ぐことが可能となった。

## 実施例3

第4図は、ルツボ取扱い時の遮蔽板2の上下方向の移動を防ぐために、1枚の遮蔽板2の上下に、その間隔が遮蔽板を挿入するに無理のない間隔を持った突起を設けたルツボについて側断面図で示したものである。この様なルツボ構造とすることにより、安定な構造の遮蔽板は分子線ルツボとすることが出来る。

遮蔽板の形状を示す平面図、第3図は、ソース物質収納部の内径を、遮蔽板の直径より小さくしたルツボの形状を示す側断面図、第4図は、遮蔽板の移動を防止するため、遮蔽板の上下に突起を設けた形状のルツボの側断面図である。

1は円筒形ルツボ、2は遮蔽板、3は突起部、4は遮蔽板に設けたガス噴出小孔、5は遮蔽板をルツボ内に納めるための切り欠き、6は最下部の遮蔽板の脱落を防止するためにソース収納部分の内径を絞り込んだ部分を示す。

特許出願人  
工業技術院長 等々力 達

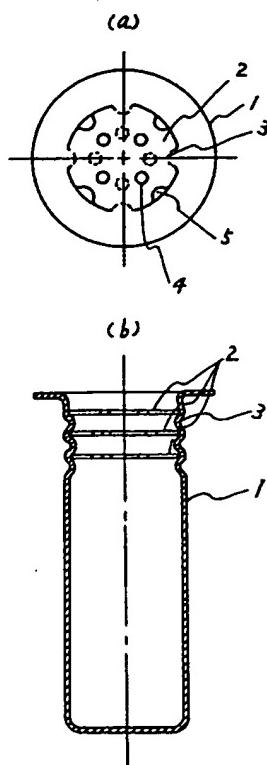
## 【発明の効果】

本発明の構造のルツボを用いることにより、真空蒸着、あるいは、分子線結晶成長において、欠陥の少ない膜の成長条件である、基板から溶融した蒸着ソースが見えない構造とすることが出来る。実際成長した膜において、その表面欠陥密度を500ヶ/cm<sup>2</sup>と従来のもの(～5000ヶ/cm<sup>2</sup>)と比較し、1桁少なくすることができ、効果を確認し得た。特に本構造のルツボとすることにより、PBNの如きEVD法によって形成される、その構造的加工性の悪い材料においても良好なルツボ形状が実現出来た。又遮蔽板構造は、クラッカセルのクラッカ部噴出の形状に最適な構造として用いることが出来る。なお本実施例ではMBEについて述べたが、通常の蒸着にも適用できることは言うまでもない。

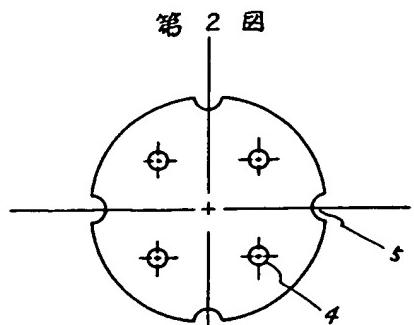
## 図面の簡単な説明

第1図(a)および(b)は各々、内壁に突起を設け、該突起に対応して小孔を設けた遮蔽板を組合せた形のルツボの平面図、及び側断面図、第2図は、

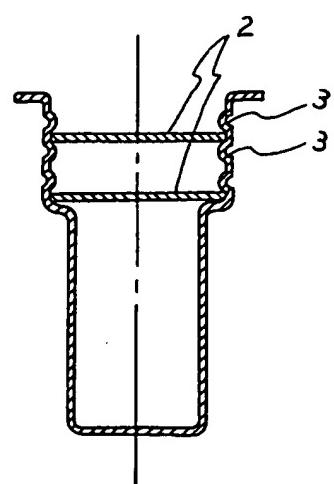
第1図



第2図



第4図



第3図

